

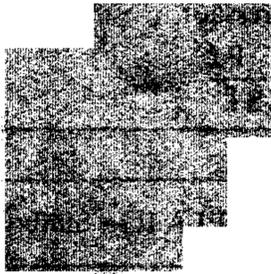
# Viscosidade de vidros na faixa de $10^7$ a $10^{14}$ Pa.s Parte II - Método de Compressão (\*)

EDGAR DUTRA ZANOTTO

Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar.

LUIZ AUGUSTO STAFFA

Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar.



## ABSTRACT

Glass Viscosity in the Range  $10^7$  to  $10^{14}$  Pa.s

Part II - Compression Method

A critical review of several techniques for determining glass viscosity in the range  $10^7$  to  $10^{14}$  Pa.s is presented—fibre elongation, beam bending, torsional, creep, indentation and compression. The compression method is tested for a NBS 711 glass employing a differential dilatometer. It is concluded that the technique is simple and reliable allowing the viscosity curve to be estimated within 0.2 in  $\log \eta$  in the range  $10^9$  to  $10^{12}$  Pa.s.

## INTRODUÇÃO

A variação da viscosidade com a temperatura é fator determinante na fusão, refino, homogeneização, devitificação e conformação de artigos de vidros. De ponto de vista científico e tecnológico, o conhecimento do comportamento dos vidros é de fundamental importância pois disso depende o controle dos processos acima mencionados.

Desde 1931, quando foi introduzido o método de medida de viscosidade por extensão de fibras (1), vários métodos alternativos têm sido propostos. Os métodos de elongação de fibras (1) e flexão de barras (2) são normalizados e internacionalmente aceitos pela comunidade técnico-científica. As demais técnicas ainda são controversas e têm aplicação restrita. Num trabalho anterior (3), demonstrou-se que o método de penetração é confiável contanto que se utilize amostras suficientemente grandes em relação ao indentador.

O objetivo global da presente série e artigos "Viscosidade de Vidros na Faixa de  $10^7$  a  $10^{14}$  Pa.s" é o de determinar a real aplicabilidade e confiabilidade das demais técnicas propostas na literatura, i. e., Flexão de discos (4). Torção de barras (5). Compressão de barras e cilindros (6) e Reometria Extensional (7). Neste trabalho, pretende-se analisar os méritos e desvantagens dos métodos citados acima (4;5;6 e 7); além disso, testar-se-á o método de compressão utilizando-se de um dilatômetro diferencial.

## TEORIA

A analogia entre tensões e gradientes de velocidade num meio viscoso e deformações em sólidos elásticos, é conhecida desde 1906 (8). Os métodos de medida de viscosidade descritos anteriormente se utilizam dessa analogia e aplicam as equações da teoria da elasticidade a meios viscosos, substituindo a deformação  $\epsilon$  pela taxa de deformação  $\dot{\epsilon}$  e o módulo de rigidez  $G$  pela viscosidade  $\eta$ . A

(\*) Trabalho apresentado ao 29.º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Criciúma — SC, abril de 1985

Tabela I mostra as equações que são aplicadas na determinação de viscosidade na faixa de  $10^7$  a  $10^{14}$  Pa.s através de diversos métodos. Deve-se enfatizar que, naquelas equações assume-se que o coeficiente de Poisson,  $\mu$ , é 0,5. Na realidade,  $0,2 < \mu < 0,3$  para vidros, levando a valores reais de viscosidade da ordem de 40% maiores que os previamente calculados.

## ANÁLISE DOS MÉTODOS

O método de alongamento de fibras de vidro foi proposto por Lillie em 1931 (1) e tem sido bastante utilizado na faixa  $10^7$  a  $10^{14}$  Pa.s devido a sua padronização pela ASTM (Std. C336; C338). As maiores desvantagens deste método provêm do fato que o raio e o comprimento da fibra variam com a elongação, dificultando a aplicação da Eq. (1). Outra dificuldade seria a obtenção de fibras com certos vidros, por exemplo, vidros calcogênicos.

O método de reometria extensional, descrito recentemente por Rhi-Sausi e colaboradores (7), é rigoroso do ponto de vista teórico, mas ainda não foi testado com um vidro padrão, e é limitado a vidros que se prestem facilmente à obtenção de fibras. Além disso, provavelmente se limita a determinações na vizinhança do ponto de amolecimento ( $\eta \approx 6,6$  Pa.s).

A flexão de barras de vidro também é um método amplamente empregado na faixa de  $10^7$  a  $10^{14}$  Pa.s, e foi padronizado pela ASTM (std C598-72). Uma dificuldade inerente à técnica seria a necessidade de amostras com faces estritamente paralelas com um comprimento relativamente grande.

O método de flexão de discos de vidro foi sugerido em 1976 por Gulati e colaboradores (4) para determinação da viscosidade de artigos de vidro, tais como lentes de óculos e pratos, na faixa de  $10^7$  a  $10^{14}$  Pa.s. Entretanto, o método apresenta dificuldades experimentais na medida de deformação dos discos e dificuldades teóricas associadas à necessidade de se utilizar diversas equações para diferentes graus de deformação.

A torção de barras de vidro foi sugerida por Heuse e Partridge em 1974 (5)U para a faixa de  $10^{10}$  a  $10^{13}$  Pa.s, mas não encontrou receptividade na comunidade científica e industrial devido às dificuldades experimentais inerentes ao método.

A indentação de amostras de vidro com penetradores esféricos e cilíndricos tem sido objeto de grande controvérsia na literatura internacional. Recentemente, Zanotto (3) demonstrou que é possível obter valores confiáveis de viscosidade na faixa de  $10^8$  a  $10^{12}$  Pa.s, com indentadores esféricos e cilíndricos, contanto que se utiliza amostras suficientemente maiores que os indentadores. A grande vantagem desse método reside na facilidade experimental.

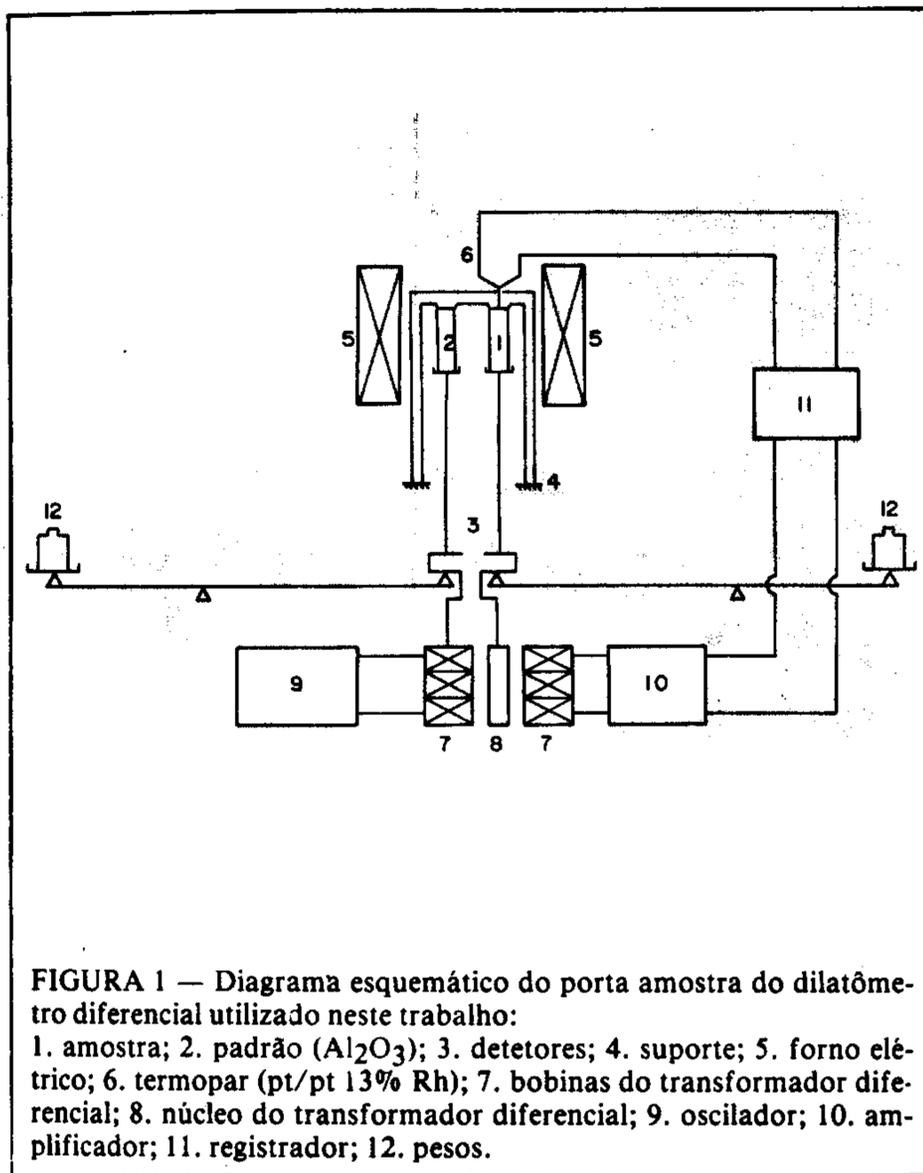
O método de compressão de barras sugerido em 1973 por Watanabe e colaboradores (6) pode ser aplicado na faixa de  $10^9$  a  $10^{12}$  Pa.s e aparentemente se constitui numa técnica com inúmeras facilidades teóricas (na dedução das equações) e experimentais. Este método não teve maior aceitação devido aos resultados descritos em (6) que mostram uma discrepância entre os valores experimentais e os

TABELA I — Equações utilizadas para a determinação de viscosidade

Método	Equação	Referência
Extensão de Fibras: $\eta = \frac{Pl}{3S\epsilon}$	(A)	(1)
Reometria Extensional: $\eta = \frac{P}{3S\dot{\epsilon}}$	(B)	(7)
Flexão de Barras: $\eta = \frac{gl^3}{2,4 I_0 \dot{\epsilon}} \left( m + \frac{pSl}{1,6} \right)$	(C)	(2)
Flexão de Discos: $\eta = \frac{3 Kpgr^4}{32 \epsilon h^2} \leq h/2$	(D)	(4)
Torção de Barras: $\eta = \frac{MlgO}{k' \dot{\epsilon}}$	(E)	(5)
Indentação: Indentador cilíndrico $\eta = \frac{0,96 P}{4 \pi^{1/2} r \dot{\epsilon}}$	(F)	(3)
Indentador esférico: $\eta = \frac{9 P}{128 r^{1/2} F(\epsilon)}$	(G)	(3)
Compressão: $\eta = \frac{Pl}{3S\dot{\epsilon}}$	(H)	(6)

TABELA II — Símbolos utilizados nas equações (A) até (H)

P = carga aplicada (N)
M = torque (N.m)
l = comprimento efetivo da amostra (m)
h = espessura ou altura da amostra (m)
S = área de secção transversal da amostra (m <sup>2</sup> )
r = raio da amostra ou do indentador (m)
I <sub>0</sub> = momento de inércia da secção transversal (m <sup>4</sup> )
$\epsilon$ = deformação (m) <i>deslocamento</i>
$\dot{\epsilon}$ = taxa de deformação (m.s <sup>-1</sup> ) <i>deslocamento</i> $\Delta l (m)$
m = massa da amostra (Kg)
p = densidade da amostra (Kg.m <sup>-3</sup> )
g = aceleração da gravidade (9,81 m.s <sup>-2</sup> )
F( $\epsilon$ ) = $\frac{3}{2} (2r)^{3/2} (\pi 2\theta - \text{sen}\theta)$ <span style="float:right">3/32</span>
$\theta$ = arc sen [1-( $\epsilon/r$ )]; (rad)
K = (5 + $\mu$ ) (1 + $\mu/1 + \mu$ ) = 1,83 para $\mu = 0,5$
C = $360 \times 3600 / 2 \pi$
K' = $hb^3 \{ 1/3 - 0,21 (b/h) [1 - (b/12h^4)] \}$



tabulados para um vidro padrão NBS 710. O principal objetivo deste trabalho é testar cuidadosamente o método de compressão utilizando um vidro padrão NBS 711.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de 5 x 5 x 15mm do vidro NBS 711 foram analisadas num dilatômetro diferencial Rigaku mod. cat. n.º 8076 D1 (Fig. 1). Ensaios preliminares com uma amostra de quartzo (transformação de fase a 573°C) demonstram que as temperaturas podiam ser obtidas dentro de  $\pm 1^\circ\text{C}$ , apesar de a inércia térmica do forno levar, algumas vezes, a desvios de até 3°C. Um ensaio com amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mostrou um desvio de  $8,3 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$  da linha base. As velocidades de deformação foram corrigidas devido a esse desvio. Os ensaios de compressão foram efetuados com cargas de 5g para viscosidades menores que  $10^{10} \text{ Pa.s}$ ; 10g para  $10^{10} < \eta < 10^{11}$  e 20g para  $\eta > 10^{11} \text{ Pa.s}$ . A velocidade de aquecimento do forno, R, foi de  $1,25^\circ\text{C}/\text{min}$ .

Um gráfico experimental da deformação da amostra sob uma carga de 10g é mostrado na Fig.2. Da região linear calculou-se a taxa de deformação através da medida de  $\Delta l/\Delta t$ . Deve-se enfatizar, também, que o porta-amostras do dilatômetro se encontrava ligeiramente danificado provocando, algumas vezes, um escorregamento da amostra.

## RESULTADOS

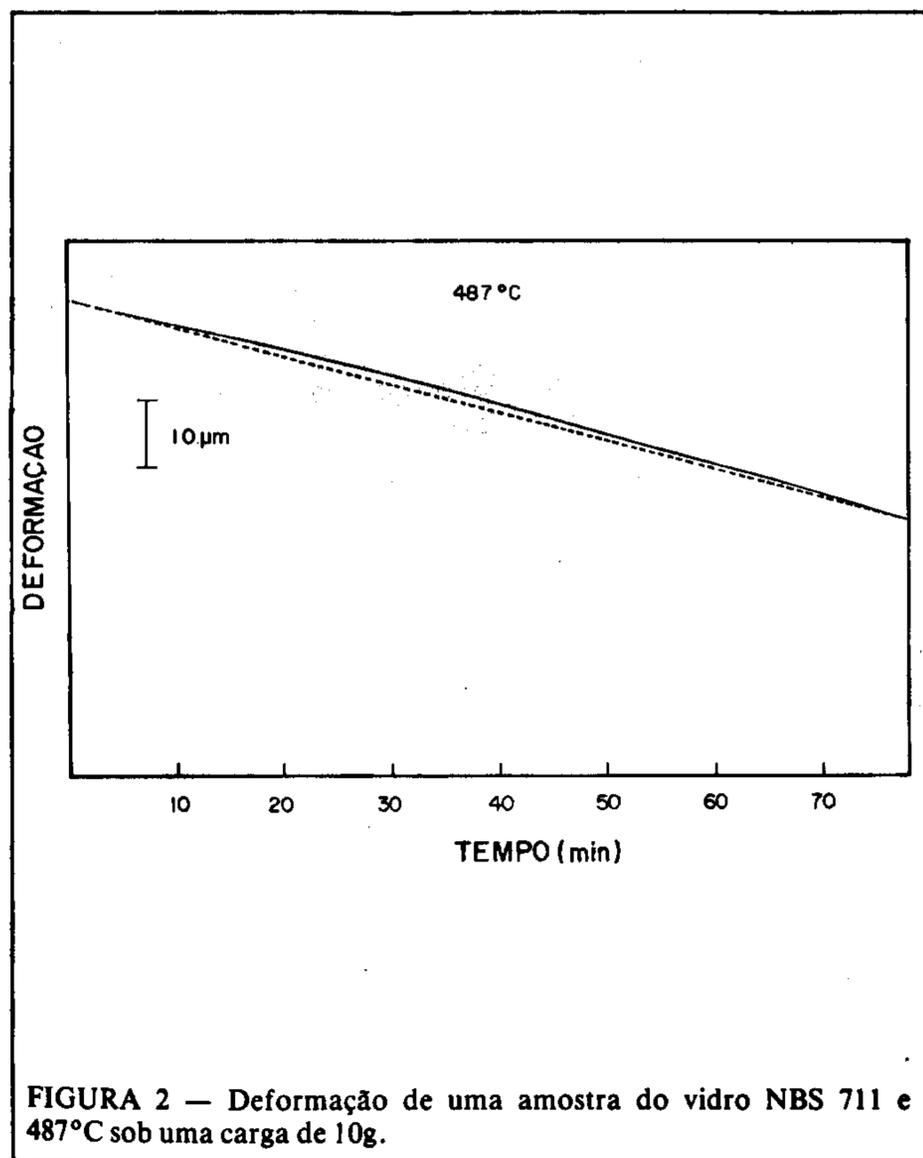
A Fig. 3 mostra a curva padrão para o vidro NBS 711, obtida num teste "round robin" pelo método de extensão de fibras, fornecidas pela National Bureau Standards. Os pontos experimentais, obtidos neste trabalho pelo método de compressão, estão espalhados em torno da curva padrão, com um desvio médio de 0,2 em  $\log \eta$ . Acreditamos que esse espalhamento se deve principalmente ao mau estado do porta-amostras que não permite uma fixação regular das amostras vítreas. Apesar disso, o método se mostra compatível para estimativas de viscosidade na faixa de  $11,2 < \log \eta < 9,0 \text{ Pa.s}$ . Com cargas de 50g poderia se chegar a  $10^{12} \text{ Pa.s}$ . Deve-se enfatizar, também, que com uma única amostra é possível se determinar a curva de viscosidade na faixa acima mencionada.

## CONCLUSÕES

O método de compressão é simples e permite estimar a viscosidade de vidros entre  $10^9$  e  $10^{12} \text{ Pa.s}$ . Além disso, a mesma técnica pode ser empregada para se estudar o comportamento mecânico de materiais cerâmicos em altas temperaturas.

## AGRADECIMENTOS

Ao sr. João Castral Jr. do Laboratório de Cerâmicas do DEMA pela valiosa colaboração na operação do dilatômetro e ao Prof. Victor C. Pandolfelli pela revisão do manuscrito.



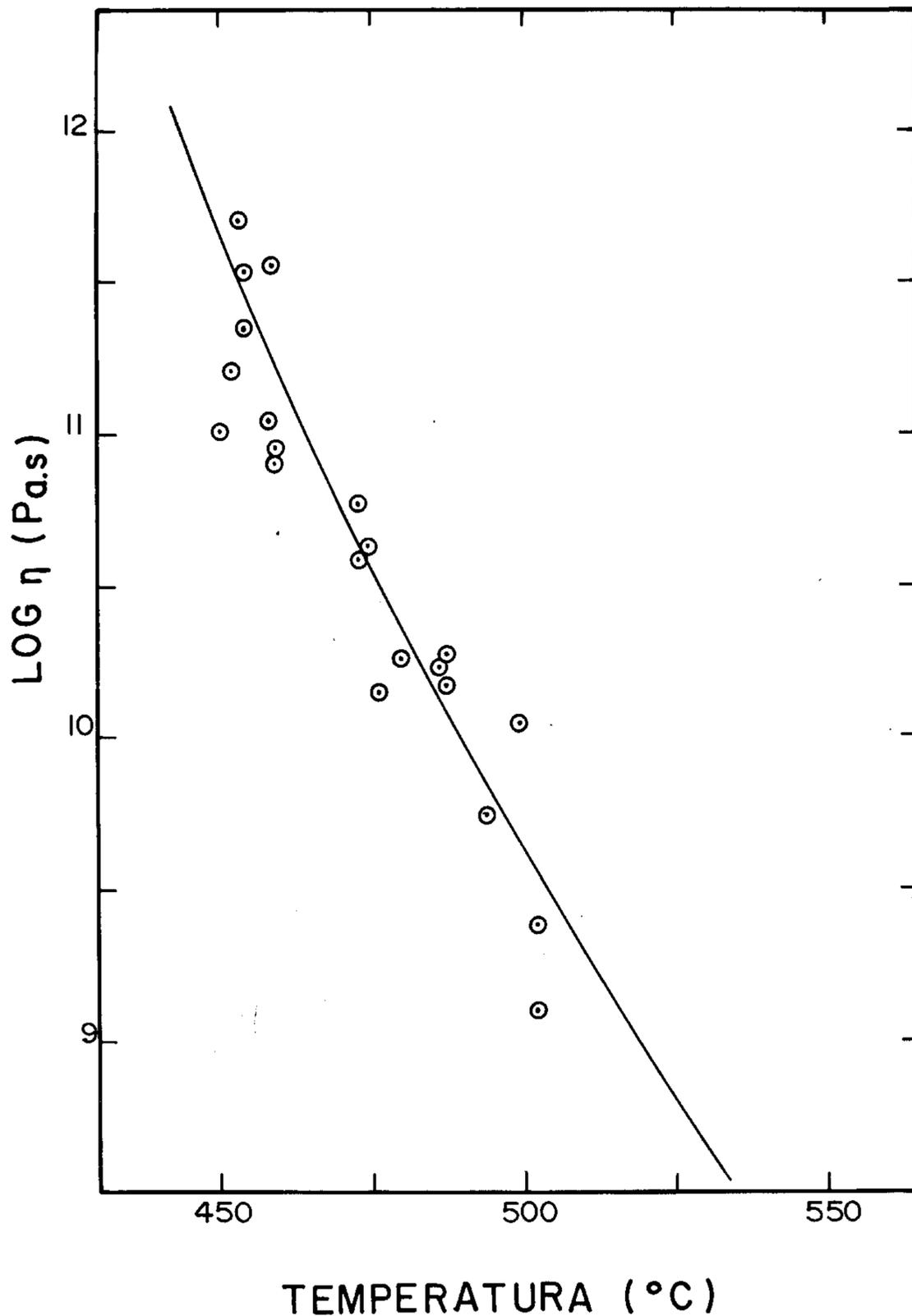


FIGURA 3 — Curvas de viscosidade para o vidro NBS 711:  
 (—) curva padrão obtida por extensão de fibra (⊙) pontos experimentais obtidos neste trabalho pelo método de compressão.

### REFERÊNCIAS

- (1) Lillie, H.R. - Viscosity of Glass Between Strain Point and Melting Temperature - J. Am. Ceram. Soc. 14; 502 (1931) - ASTM Std. C336-71 (1977)
- (2) Hagy, H.E. - Experimental Evaluation of Beam-Bending Method of determining Glass Viscosities in the Range  $10^8$  to do  $10^{15}$  poises - J. Am. Ceram. Soc. 46; 93 (1963) - ASTM Std. C598-72 (1976).
- (3) Zanotto, E.D. - Viscosidade de Vidros pelo Método de Penetração - Parte I. Cerâmica, 29; 135 (1982).
- (4) Gulati, S.T.; Fontana, E.H. & Plummer, W.A. - Disc Bending Viscometry - Phys. Chem. Glasses, 17; 114 (1976).
- (5) Heuse, E.M.; Partridge, G. - Creep Testing of Glass - Ceramics - J. Mater. Sci. 9; 1255 (1974).
- (6) Watanabe, A.; Ohsaka, T. e Hasegawa, Y. - Method for Measuring Viscosity of Glass in Relation to Contraction by Compressive Stress. J. Cer. Soc. Japan 81; 467 (1973).
- (7) Sausi-Rhi, J.; Cardenas, L. & Barbarena, A - Reologia Extensional Del Vidrio - Actas I Congreso Ibero-Americano de Cerâmica, Vidro y Refractorios - Torremolinos, España, p. 1101 (1982).
- (8) Trouton F.T. - On the Coefficient of Viscous Traction and its Relation to that of Viscosity - Phil. Mag. 19; 426 (1906).

Registro na ABC: Trabalho n.º 290